

Karbon hitam untuk produk ban dan karet lainnya



© BSN 2010

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	2
5 Pengambilan contoh	2
6 Metode uji	2
7 Syarat lulus uji	3
8 Pengemasan.....	3
9 Penandaan	3
Lampiran A	5
Lampiran B	8
Lampiran C	10
Lampiran D	13
Lampiran E	15
Lampiran F.....	20
Lampiran G	21
Lampiran H	22
Lampiran I.....	24
Lampiran J	26
Bibliografi	28
 Tabel 1 - Syarat mutu	 2

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Karbon hitam untuk produk ban dan karet lainnya* merupakan revisi SNI 06-0712-1989. Tujuan revisi standar ini adalah untuk menyesuaikan perkembangan teknologi dan pemenuhan kebutuhan pasar.

Dalam merumuskan Standar Nasional Indonesia ini, kami telah memperhatikan:

1. Undang-Undang Republik Indonesia No. 5 Tahun 1984, tentang Perindustrian;
2. Undang-Undang Republik Indonesia Nomor 8 Tahun 1999, tentang Perlindungan Konsumen;
3. Pedoman Standar Nasional (PSN) 08: 2007.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 71-01, Teknologi Kimia dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Panitia Teknis pada 24 Nopember 2009 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli, balai penguji dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 22 Januari 2010 s.d 23 Maret 2010 dan langsung disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.



Karbon hitam untuk produk ban dan karet lainnya

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji karbon hitam untuk N220, N234, N326, N330, N339, N347, N375, N550, N660 yang dipergunakan dalam produk ban dan karet lainnya.

2 Acuan normatif

Berikut ini daftar referensi yang diperlukan dalam penyusunan standar ini. Untuk referensi yang tak bertanggal, digunakan edisi terakhir dari referensi yang disebut (termasuk jika ada amandemennya).

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

ASTM D-1512, *Standard Test Methods for Carbon Black – pH Value*.

ASTM D-1510, *Standard Test Method for Carbon Black—Iodine Adsorption Number*.

ASTM D-2414, *Standard Test Method for Carbon Black—Oil Absorption Number (OAN)*.

ASTM D3265, *Standard Test Method for Carbon Black-Tint Strength*.

ASTM D-3493, *Standard Test Method for Carbon Black-Oil Absorption Number of Compressed Sample (COAN)*.

ASTM D-6656, *Standard Test Method for Determination of Multipoint nitrogen surface area (NSA) and statistical thickness surface area (STSA)*.

ASTM D-1514, *Standard Test Methods for Carbon Black-Sieve Residue*.

ASTM D-1506, *Standard Test Methods for Carbon Black-Ash Content*.

ASTM D-1508, *Standard Test Method for Carbon Black, Pelleted Fines and Attrition*.

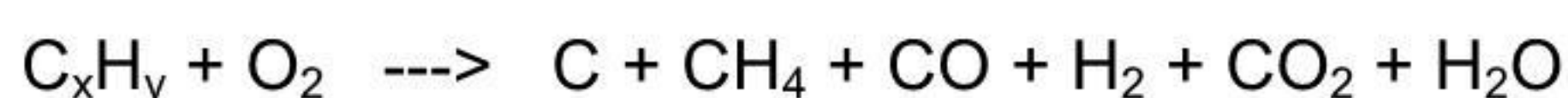
ASTM D-1509, *Standard Test Methods for Carbon Black-Heating Loss*.

3 Istilah dan definisi

3.1

karbon hitam

material padatan berupa butiran yang berwarna hitam hingga keabu-abuan dan terdiri dari susunan unsur karbon. Material karbon hitam ini diperoleh melalui proses pembakaran tidak sempurna dari senyawaan hidrokarbon aromatic dengan rantai panjang. Berikut ini adalah proses reaksi kimianya



karakteristik material ini utamanya ditentukan oleh luas permukaan dan struktur percabangan agregat dari karbon hitam. Karakteristik tersebut kemudian menjadi salah satu dasar penggunaannya dalam produk ban dan barang-barang berbahan dasar karet lainnya, serta untuk menambah kekuatan dan daya tahan

4 Syarat mutu

Syarat mutu karbon hitam untuk produk ban dan karet lainnya adalah seperti pada Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 - Syarat mutu

No	Parameter Uji	Satuan	Jenis karbon hitam								
			N220	N234	N326	N330	N339	N347	N375	N550	N660
1	Bilangan iodium	g/kg	116-126	115-125	77-87	77-87	85-95	85-95	85-95	38-48	31-41
2	Bilangan Absorpsi Minyak	m3/kg	109-119	120-130	67-77	97-107	115-125	119-129	109-119	116-126	85-95
3	Kekuatan mewarnai	% ITRB#3*	110-120	119-129	106-116	99-109	107-117	99-109	110-120	55-65	55-65
4	Bilangan absorpsi minyak - setelah kompresi	m3/kg	92-102	95-105	63-73	83-93	94-104	94-104	91-101	79-89	69-79
5	Statistic ketebalan luas permukaan	m3/kg	99-109	108-118	71-81	70-80	82-92	77-87	85-95	34-44	29-39
6	Keasaman (pH)	-	6-10	6-10	6-10	6-10	6-10	6-10	6-10	6-10	6-10
7	Kadar abu	% (maks)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
8	Kadar debu 5 menit	% (maks)	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0
9	Kadar zat yang mudah menguap pada 125°C	% (maks)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
10	Kadar sisa ayakan:										
	a. Tidak lolos US standard sieve No. 325	ppm (maks)	500	500	500	500	500	500	500	500	500
	b. Tidak lolos US standard sieve No. 35	ppm (maks)	10	10	10	10	10	10	10	10	10

Catatan : *ITRB#3 adalah international testing of Rubber Black No.3

5 Pengambilan contoh

Pengambilan contoh adalah sesuai dengan SNI 0428.

6 Metode uji

6.1 Bilangan iodium

Cara uji penetapan bilangan adsorpsi iodium sesuai dengan ASTM D-1510, *Standard Test Method for Carbon Black - Iodine Adsorption Number*.

6.2 Bilangan absorpsi minyak

Cara uji penetapan bilangan absorpsi minyak sesuai dengan ASTM D-2414, *Standard Test Method for Carbon Black - Oil Absorption Number (OAN)*.

6.3 Kekuatan mewarnai/*tint strength*

Cara uji penetapan *Tint Strength* sesuai dengan ASTM D-3265, *Standard Test Method for Carbon Black-Tint Strength*.

6.4 Kekuatan absorpsi minyak - setelah kompresi

Cara uji penetapan absorpsi minyak setelah kompresi sesuai dengan ASTM D-3493, *Standard Test Method for Carbon Black - Oil Absorption Number of Compressed Sample (COAN)*.

6.5 Statistik ketebalan luas permukaan

Cara uji penetapan statistik ketebalan Luas Permukaan sesuai dengan ASTM D-6656, *Standard Test Method for Determination of Multipoint nitrogen surface area (NSA) and statistical thickness surface area (STSA)*.

6.6 Keasaman (pH)

Cara uji penetapan keasaman sesuai dengan ASTM D-1512, *Standard Test Methods for Carbon Black – pH Value*.

6.7 Kadar abu

Cara uji penetapan kadar abu sesuai dengan ASTM D-1506, *Standard Test Methods for Carbon Black-Ash Content*.

6.8 Kadar debu 5 menit

Cara uji penetapan kadar debu sesuai dengan ASTM D-1508, *Standard Test Method for Carbon Black, Pelleted Fines and Attrition*.

6.9 Kadar zat yang mudah menguap – pada 125 °C

Cara uji penetapan kadar zat yang mudah menguap – pada 125 °C sesuai dengan D-1509, *Standard Test Methods for Carbon Black-Heating Loss*.

6.10 Kadar sisa ayakan

Cara uji penetapan sisa ayakan sesuai dengan ASTM D-1514, *Standard Test Methods for Carbon Black-Sieve Residue*.

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu pada pasal 4.

8 Pengemasan

Karbon hitam dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, kedap udara dan cukup kuat dalam transportasi dan penyimpanannya.

9 Penandaan

Pada label sekurang-kurangnya dicantumkan:

- Nama Produsen;
- Nomor Pallet & Nomor Kode Produksi;

SNI 0712:2010

- Berat bersih;
- Jenis Produk;
- Tanggal Pengemasan



Lampiran A (normatif)

Bilangan adsorpsi iodum

A.1 Acuan

ASTM D -1510, *Standard Test Method for Carbon Black—Iodine Adsorption Number*.

A.2 Prinsip

Contoh karbon hitam yang telah ditimbang dilarutkan dengan sebagian larutan Iodium standar kemudian campuran dikocok dan pusingkan. Iodium yang berlebih kemudian dititrasi dengan larutan Sodium thiosulfat standar, dan Iodium yang diserap adalah dinyatakan sebagai jumlah berat karbon hitam (g/kg).

A.3 Perekasi

A.3.1 Iodium

A.3.2 Kalium Iodida

A.3.3 Kalium Dikromat

A.3.4 Kalium Iodat

A.3.5 Natrium Tiosulfat

A.3.6 n-Amil Alkohol

A.3.7 Asam Sulfat

A.3.8 Kanji

A.3.9 Asam Salisilat

A.3.10 Oksida Arsen

A.3.11 Air Destilat

A.4 Peralatan

A.4.1 Botol kecil, gelas, jenis bening, dengan penutup *plastic polyethylene*, 45 cm³.

A.4.2 Mesin pengering, jenis *gravity convection oven*, mampu menjaga suhu 125 °C ± 5 °C.

A.4.3 Buret digital, kapasitas 25 cm³ dengan penghitung kenaikan 0.01 cm³ dan pengaturan *zero reset*.

A.4.4 Buret, gelas 25 cm³, tingkat A, *side arm filling*, dengan tanda ukuran 0.05 cm³ dan dengan automatic zero.

SNI 0712:2010

A.4.5 Repetitive dispenser, kapasitas 25 cm³, mampu menghasilkan ± 0.01 % dan dikalibrasi dalam ketepatan ± 0.03 cm³.

A.4.6 Mesin pemusing, dengan kecepatan minimum 105 rad/detik (1000 putaran/menit).

A.4.7 Labu takar, 2000 cm³ dengan penutup standart.

A.4.8 Corong, garis tengah besar, dengan sambungan meruncing standart yang sesuai dengan gelas 2000 cm³.

A.4.9 Botol gelas, warna kekuning-kuningan, 2000 cm³ dengan penutup standart.

A.4.10 Piala gelas, kapasitas kira-kira 20 dm³.

A.4.11 Mesin pengaduk, kira-kira 300 by 300 untuk mengaduk.

A.4.12 Mesin pengaduk, kira-kira 100 by 100 untuk titrasi.

A.4.13 Toples pendingin.

A.4.14 Alat-alat gelas lainnya kelas A.

A.4.15 Mesin pengguncang, dengan panjang kayuhan 1 in dan mampu melakukan 240 kayuhan/menit.

A.5 Prosedur

A.5.1 Persiapan contoh

Keringkan contoh karbon hitam secukupnya selama 1 jam dalam oven jenis *gravity-convection*, atur pada suhu 125 °C dalam sebuah wadah terbuka yang ukurannya sesuai, kedalaman karbon hitam tidak lebih dari 10 mm. Dinginkan sampel sebelum digunakan didalam desikator sampai suhu ruangan.

A.5.2 Penetapan bilangan iodium

Timbang contoh yang telah dikeringkan kedalam botol kecil yang ditunjukkan tabel sebagai berikut.

<u>Nomor Iodine</u>	<u>Berat Sampel</u>
0 – 130.9	0.8000
131.0 – 280.9	0.4000
281.0 – 520.9	0.2000
521.0 dan diatasnya	0.1000

Gunakan berat contoh yang telah ditentukan sesuai dengan nilai nomor iodine. Jika hasil jatuh diatas atau dibawah nilai rentang yang ditunjukkan untuk ukuran sampel tersebut, uji ulang menggunakan berat sampel yang sesuai dengan yang ditetapkan untuk rentang nilai iodine yang susut. Pipet (atau menyalurkan dari repetitive dispenser yang telah dikalibrasi) 40 cm³ dengan normalitas larutan iodine 0.0473 N kedalam gelas vial yang berisi sampel dan segera tutup. Letakkan botol kecil dengan aman dalam *mechanical shaker* dan kocok selama 1 menit pada 240 kayuhan/menit. Segera pusingkan selama 1 menit. Tuangkan dengan segera. Jika sampel yang dianalisa lebih dari satu, seharusnya dituangkan kedalam gelas kecil atau gelas bersih, vial kering dan segera tutup. Pipet 25 cm³ dari larutan kedalam

gelas Erlenmeyer 250 cm³ dan titrasi dengan larutan sodium thiosulfat standart 0.0394 N. Adapun cara titrasinya adalah sebagai berikut :

Menggunakan buret digital :

Ganti ke posisi *fill mode*, isi buret penampung dengan larutan. Bersihkan *inlet* dan jalur pipa pengiriman. Ganti ke posisi *titrate mode* dan tentukan angka pemutar buret ke angka 0 dan bersihkan ujung buret dengan tisu pembersih. Tambahkan sodium thiosulfat sampai larutan berubah warna ke batas warna kuning. Cuci ujung buret dan dinding gelas dengan menggunakan air. Tambahkan 5 tetes larutan kanji tambahkan sodium thiosulfat sampai warna biru atau biru violet hilang. Cuci ujung buret dan dinding gelas dengan air dan kemudian selanjutnya alat penghitung dalam kenaikan 0.01 cm³. Urutan ini dilanjutkan sampai titik akhir tercapai yang ditandai dengan larutan tidak berwarna. Catat pembacaan buret. Tentukan *blank* iodine oleh pemipetan larutan iodine 0.0473 N sebanyak 25 cm³ kedalam gelas Erlenmeyer dan titrasi dengan larutan sodium thiosulfat 0.0394 N. Tentukan salinan *Blank* dan gunakan rata-rata dari dua perhitungan. Jika kedua larutan dalam batas yang diterima, *blank* akan mengukur 30.00 ± 0.05 cm³. Jika tidak, normalitas salah satu atau kedua larutan tersebut harus diperiksa.

A.6 Perhitungan

Perhitungan nilai nilai iodine yang diserap adalah sebagai berikut:

$$\text{Sample 0.8000 g : } I = (B - S) \times 10$$

$$\text{Sample 0.4000 g : } I = (B - S) \times 20$$

$$\text{Sample 0.2000 g : } I = (B - S) \times 40$$

$$\text{Sample 0.1000 g : } I = (B - S) \times 80$$

Dimana:

I : Nilai iodine yang diserap, g/kg,

B : Volume Sodium thiosulfat yang diperlukan untuk *blank*, cm³

S : Volume Sodium thiosulfat yang diperlukan untuk sampel, cm³

Lampiran B (normatif)

Bilangan absorpsi minyak

B.1 Acuan

ASTM D -2414 *Standard Test Method for Carbon Black – Oil Absorption Number*.

B.2 Prinsip

Minyak dicampurkan dengan contoh karbon hitam dengan kecepatan tetesan yang tetap dalam wadah pencampuran mesin Absortometer. Sebagaimana contoh karbon hitam akan menyerap minyak, maka terjadi perubahan keadaan campuran dari keadaan bebas mengalir kepada bentuk gumpalan yang semi plastis dengan disertai peningkatan kekentalan. Peningkatan kekentalan ini disalurkan ke *system torque* pada absorptometer. Ketika kekentalan campuran meningkat maka absorptometer dan buret akan mati secara bersamaan sebelum ditentukan *torque limit*. Volume yang ditambahkan terbaca dari alat pembaca buret. Volume DBP persatuan masa karbon hitam adalah nilai penyerapan DBP.

B.3 Pereaksi

B.3.1 Minyak n-Dibutil Ftalat, dengan berat jenis 1.042 hingga 1.047 Mg/m³ pada 25 °C atau berat jenis relatif 1.045 hingga 1.050 pada 25 °C.

B.3.2 Minyak Parafin, dengan kekentalan kinematis 10 hingga 34 mm²/detik (cSt) pada 40 °C.

B.4 Peralatan

B.4.1 Timbangan, dengan ketelitian 0.01 g.

B.4.2 Mesin pengering jenis *gravity convection*, yang dapat mempertahankan suhu pemanasan 125 °C ± 5 °C

B.4.3 Spatula karet, 100 mm

B.4.4 Mesin absorptometer, dilengkapi mesin buret yang dapat mengalirkan minyak pada kecepatan tetap (4 ± 0.024) cm³/menit

B.4.5 Topples pendingin

B.5 Prosedur

B.5.1 Persiapan contoh

Keringkan sampel secukupnya selama 1 jam dalam oven dengan suhu 125 °C sebelum pengetesan, dinginkan sampel dalam desikator minimal 30 menit.

B.5.2 Penetapan bilangan absorpsi minyak

Timbang sampel sebanyak 20 g. Dianjurkan pada saat pengetesan, suhu dijaga $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, suhu tersebut diukur oleh thermocouple yang ada didalam *mixing bowl*. Jika pengaturan suhu di *mixing bowl* tidak tersedia, jaga suhu dibawah $30\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pindahkan sampel ke ruang pencampur absorptometer dan tutup. Tempatkan *switch power* utama ke posisi "on" dan *switch automatic-manual* ke posisi otomatis. Untuk jenis Absorptometer E tekan tombol on-off ke posisi "on". Tekan *stopcock* untuk menghubungkan buret ke persediaan DBP dan aktifkan *return switch*. *Plunger* akan turun untuk mengisi buret *barrel* dengan DBP. Ketika sampai pada batas bawah *switch* menghentikan *plunger*. Tempatkan wadah pembuangan dibawah pipa penyaluran. Aktifkan *switch* atas dan membersihkan jalur pengiriman untuk memastikan pipa buret penyaluran bebas dari gelembung udara. Proses penyaluran DBP ke wadah pembuangan kira-kira 1 cm^3 , untuk meyakinkan bahwa pipa penyaluran terisi penuh menurut kapasitas. Posisi pipa buret penyaluran melebihi lubang tutup ruang pencampuran dan atur penghitung angka buret digital ke 0. Aktifkan tombol "start". Pada Absorptometer jenis E aktifkan dua tombol "start" secara bersamaan. Alat akan beroperasi sampai mencukupi *torque* yang dihasilkan untuk mengaktifkan *switch torque-limit* yang akan menghentikan absorptometer dan buret. Catat volume DBP yang digunakan yang tertera pada penghitung angka buret digital. Bongkar ruang pencampur dan bersihkan bilah pencampur dan ruang dengan spatula karet dan pasang kembali.

B.5.3 Perhitungan

Perhitungan nilai penyerapan DBP oleh sampel adalah sebagai berikut:

$$\text{Nilai penyerapan DBP (} 10^{-5} \text{ m}^3/\text{kg) = A/B} \times 100$$

Dimana:

- A : Volume DBP yang digunakan, cm^3
- B : Berat sampel yang diuji, g

**Lampiran C
(normatif)*****Tint strength*****C.1 Acuan**

ASTM D-3265 *Standard Test Method for Carbon Black – Tint Strength*

C.2 Prinsip

Sampel karbon hitam dicampur dengan bubuk putih (*zinc oxide*) dan cairan (*soybean oil epoxide*) untuk menghasilkan pasta hitam atau abu-abu. Pasta ini kemudian dibentangkan membentuk suatu permukaan yang sesuai untuk mengukur pantulan dari campuran oleh alat *photo-electric reflectance meter*. Pantulan sampel yang diuji kemudian dibandingkan dengan pantulan ITRB yang telah disiapkan sebelumnya dalam cara yang sama. *Tint strength* dari sampel yang diuji dinyatakan sebagai satuan pantulan ITRB dibagi oleh pantulan sampel dan dikalikan 100.

C.3 Pereaksi

- C.3.1 Industri *Tint Reference Black*
- C.3.2 Plastisiser, dari epoksida minyak kedelai
- C.3.3 Pelarut, untuk pembersih
- C.3.4 Oksida Seng, *Industri Tint Zinc Oxide*,

C.4 Peralatan

- C.4.1 Timbangan analitik, dengan kepekaan $\pm 0,1$ mg
- C.4.2 *Automatic Muller*
- C.4.3 Photometric instrument, dapat mendeteksi perbedaan sejumlah pantulan cahaya antara warna-warna abu-abu. Alat ini dioperasikan mengikuti petunjuk pembuat alat untuk hasil yang terbaik.
- C.4.4 Mesin Pengering, jenis *gravity-convection*, yang dapat mempertahankan suhu pemanasan $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- C.4.5 Reflaktan standar, diperlukan untuk tiap alat pantulan untuk memeriksa kalibrasi.
- C.4.6 Spatula, 100 sampai 150 mm (4 sampai 6 in), dua mata sisi, lentur, runcing.
- C.4.7 *Syringe*, 5 cm^3 , *automatic refilling*, mampu menghasilkan ulang $\pm 0.02\text{ cm}^3$.
- C.4.8 Tisu pembersih, penyerap dan bebas kain tirus.
- C.4.9 Desikator

C.4.10 Alat pembuat pasta, beberapa alat yang mungkin bisa digunakan adalah

C.4.10.1 *Apparatus for film drawdown methode*

C.4.10.2 *Film applicator*, dgn kedalam celah 0.076 mm (0.003 in)

C.4.10.3 Polished glass plate, kira-kira 760 by 500 by 10 mm (30 by 20 by 0.0375 in)

C.4.10.4 *Tint roller spreader*.

C.5 Prosedur

C.5.1 Persiapan contoh

Keringkan zinc oxide, ITRB dan sampel karbon hitam selama 1 jam dalam oven khusus atur pada suhu $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($257\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{F}$). Dinginkan di dalam tolples pendingin sampai tercapai suhu ruangan.

C.5.2 Penetapan *Tint strength*

Timbang sampel karbon hitam tepat pada 0.0001 g kedalam piring timbang dan kemudian timbang ZnO sebanyak 3.7500. Untuk karbon hitam jenis N500, N600, 700 timbang karbon hitam tepat 0.2000 g dan 3.7500 g ZnO. Gunakan *syringe*, tempatkan $2.20 \pm 0.02\text{ cm}^3$ dalam tengah *mulling plate*. Tempatkan *zinc oxide* dan karbon hitam dalam tengah genangan *plasticizer*. Campurkan ketiga material dengan menggunakan spatula. Pasang *muller* untuk 25 putaran dengan satu berat tambahan pada lengan sama dengan gaya/kekuatan 445 N (100 lbf) pada plate. Tutup plate, naikan lengan berat dan *start muller*. Setelah selesai 25 putaran, turunkan lengan berat dan buka plate. Bersihkan plat atas menggunakan spatula untuk mengambil pasta yang ada, dan pindahkan pasta tersebut ke tengah pada plat bawah. Kemudian dengan plat bawah yang berputar, gunakan spatula dengan merapatkan putaran tepat ke tengah untuk membersihkan pasta. Ulangi langkah ini sebanyak dua kali. Ulangi langkah 6 dan 7 sebanyak 3 kali. Ambil pasta dengan lembut, bersihkan permukaan, bersihkan *muller* plat, gunakan pelarut dan tisu pembersih. Siapkan pasta untuk diukur pantulan oleh salah satu metode yang diikuti yaitu *metode film drawdown*. Bersihkan plat gelas dengan tisu pembersih untuk mengambil partikel-partikel debu dan lapisan lain. Gunakan spatula untuk untuk menepatkan satu bagian pasta dekat dengan tepi ujung atas pada plat gelas. Gunakan *film applicator* dan gunakan selayaknya, tekanan tetap, tarik pasta ke ujung bawah dalam waktu 2 sampai 3 detik. Angkat *applicator* tanpa mengambil pasta sisa yang melekat. Kembalikan ke awal metode *drawdown*, dan tarik lagi pasta ke tepi bawah pada plat gelas dalam 2 sampai 3 detik. Metode *drawdown* harus mempunyai permukaan yang seragam kira-kira lebarnya adalah 65 mm (2.5 in). Jika permukaan tidak seragam, siapkan penarikan pasta lagi.

Erichsen tint tester 527 – Film drawdown methode :

Mengabaikan yang pertama 75 mm (3 in) pada posisi atas pada metode *drawdown*, pasang lensa utama pantulan pada pasta ITRB (100 %) Atur *Erichsen reflectometer* untuk membaca rata-rata 3.00 selama sekurang-kurangnya 4 kali pengambilan bacaan pada posisi yang berbeda. Alat ini akan menyesuaikan pengaturan pembacaan dari pasta yang lain. Nilai 3.00 digunakan pada ITRB untuk penghitungan. Ambil pasta dan bersihkan area ketika semua pembacaan telah diperoleh.

C.5.3 Perhitungan

Perhitungan *Tint strength* sebagai berikut:

$$T = [(I/S \times 100) \times M] + B$$

Dimana:

- T : Tint Units,
- I : Nilai pantulan untuk 0.1000 g ITRB
- S : Nilai pantulan untuk sampel
- M : Slope persamaan regresi
- B : y-intersep

Untuk Karbon hitam jenis N550, N600, N700 pembagi nilai *tint* oleh 2, setelah menggunakan persamaan regresi, agar memperoleh hasil akhir.



Lampiran D (normative)

Bilangan absorpsi minyak – Setelah kompresi

D.1 Acuan

ASTM D-3265 *Standard Test Method for Carbon Black – Tint Strength*

D.2 Prinsip

Sampel karbon hitam ditekan sebanyak 4 kali dalam silinder bertekanan pada tekanan 165 MPa (24000 Psi) dan kemudian diuji dalam sebuah mesin absorptometer untuk ditentukan nilai penyerapan minyak (OAN). *n-Dibutyl phthalate* atau minyak paraffin ditambahkan oleh alat buret berkecepatan tetap ke sampel karbon hitam yang telah ditekan dalam ruang pencampur pada absorptometer. Campuran berubah dari keadaan bebas mengalir ke satu bentuk gumpalan *semi plastic*, dengan disertai peningkatan kekentalan. Peningkatan kekentalan ini disalurkan ke *system torque* pada absorptometer. Ketika kekentalan campuran meningkat maka absorptometer dan buret akan mati secara bersamaan sebelum ditentukan *torque limit*. Volume yang ditambahkan terbaca dari alat pembaca buret. Volume DBP persatuan masa karbon hitam adalah nilai penyerapan DBP. Tiap minyak DBP atau paraffin cocok digunakan untuk banyak *grade pellet standart* pada karbon hitam jenis N yang ditemukan dalam pengelompokan D 1765. Pengujian COAN menggunakan minyak paraffin pada beberapa karbon hitam khusus dan bubuk karbon hitam mungkin menghasilkan perbedaan berpengaruh ketika dibandingkan ke pengujian COAN menggunakan minyak DBP. Pemisah pengujian antara penyedia dan pengguna harus menggunakan minyak DBP sampai beberapa waktu dimana ketepatan data itu tersedia untuk minyak paraffin.

D.3 Perekasi

D.3.1 Minyak *n-Dibutyl Ftalat*, dengan berat jenis 1.042 hingga 1.047 mg/m³ pada 25 °C atau berat jenis relatif 1.045 hingga 1.050 pada 25 °C

D.3.2 Minyak Parafin, dengan kekentalan kinematis 10 hingga 34 mm²/detik (cSt) pada 40 °C.

D.4 Peralatan

D.4.1 Timbangan, dengan ketelitian 0.01 g.

D.4.2 Mesin pengering jenis *gravity convection*, yang dapat mempertahankan suhu pemanasan 125 °C ± 5 °C.

D.4.3 Mesin press karbon hitam, dengan tekanan mencapai 165 MPa (24000 Psi)

D.4.4 Spatula karet, 100 mm.

D.4.5 Mesin absorptometer, dilengkapi mesin buret yang dapat mengalirkan minyak pada kecepatan tetap (4 ± 0.024) cm³/menit

D.4.6 Topples Pendingin

D.5 Prosedur

D.5.1 Persiapan contoh

Keringkan sampel secukupnya selama 1 jam dalam oven dengan suhu 125 °C sebelum pengetesan, dinginkan sampel dalam desikator minimal 30 menit.

D.5.2 Penetapan bilangan absorpsi minyak – Setelah kompresi

Timbang sampel sebanyak 25 g ± 0.1 g (kecuali SRB D-7 timbang 45 g ± 0.1 g). Tekan sampel menggunakan *Chandler* atau *Titan press*, atau *Chandler press*. Tempatkan *bottom seal plate* dan silinder bertekanan dalam *hidrolik press*. Gerakkan gagang pada *seal plate* untuk memeriksa dalam plat penyangga. Putar silinder untuk memastikan bahwa ini cocok pada *seal plate*. Tempatkan sampel karbon hitam dalam silinder bertekanan dan masukkan piston ke karbon hitam. Putar piston pada saat menekan karbon hitam kedalam silinder sejauh mungkin gagang. Atur penjajaran piston, silinder dan ram untuk mencegah kerusakan pada silinder. Tekan karbon hitam kira-kira 165 MPa (24000 Psi), tahan kira-kira selama 1 detik kemudian lepaskan. Tekanan ditentukan oleh ukuran minyak yang ditekan. Satu nilai pada bahan SRB dan membuat penyesuaian yang cocok. Jika nilai terlalu tinggi maka tekanan dinaikkan dan jika nilai terlalu rendah maka tekanan diturunkan. Naikkan ram dengan ketinggian secukupnya untuk mengangkat *bottom seal plate* dan turunkan ram untuk menekan piston dan sampel keluar melalui silinder dan masukkan kedalam *sieve screen* yang cocok dengan pan penampung. Bersihkan piston, silinder dan *seal* supaya mengambil debu karbon hitam dan kumpulkan lagi alat-alat yang dijelaskan dalam langkah pertama. Ulangi langkah kedua hingga ketujuh, tekan sampel dengan total empat kali. Sisa sampel dari langkah ketujuh setelah empat kali proses penekanan, kemudian dilanjutkan ke langkah 6.

Titan Press:

Turunkan piston silinder dengan menekan pengungkit tangan kiri kebawah, kemudian tuangkan sampel karbon hitam kedalam silinder. Tutup pintu alat tekan. Tekan sampel dengan mengopeasikan ram menggunakan gerakan kebawah pada pengungkit tangan kanan, sampai alat pengukur tekanan mencapai kira-kira 11 MPa (1550 Pa). Segera lepaskan. Tekanan yang tepat ditentukan dengan mengukur penyerapan minyak bahan SRB yang ditekan dan membuat pengaturan yang tepat. Jika nilai terlalu tinggi maka tekanan dinaikkan dan jika nilai terlalu rendah maka tekanan diturunkan. Naikkan ram sampai tingkat atas pada conical collar yang ditempatkan diatas silinder. Naikkan piston silinder untuk menekan sampel sampai hancur dengan cara menaikkan ram. Pisahkan sampel dengan menggunakan spatula, turunkan piston silinder dan taruh kembali sampel ke dalam silinder. jika diperlukan bersihkan dengan kuas Collar bagian dalam sebelum karbon hitam dimasukkan kembali ke silinder. Ulangi langkah kedua hingga keempat sebanyak 3 kali, untuk total empat kali proses penekanan. Ambil sampel melalui ayakan 850 µm (ayakan #20), Timbang 20 gram sampel yang telah ditekan dan ukur nilai penyerapan minyak berdasarkan pengetesan OAN (metode D 2414)

D.5.3 Perhitungan

Perhitungan nilai penyerapan DBP oleh sampel yang telah ditekan adalah sebagai berikut :

$$\text{Nilai penyerapan DBP, sample ditekan, (} 10^{-5} \text{ m}^3/\text{kg) = A/B x 100}$$

Dimana:

- A : Volume DBP yang digunakan, cm³
B : Berat sampel yang ditest, g

Lampiran E (normatif)

Statistik ketebalan luas permukaan

E.1 Acuan

ASTM D-6556 *Standard Test Method for Carbon Black – Total and External Surface Area by Nitrogen Adsorption*.

E.2 Prinsip

Luas permukaan luar dan total adalah diukur dengan menghitung jumlah nitrogen yang diserap, pada suhu cairan nitrogen, oleh karbon hitam pada beberapa tekanan parsial nitrogen. Data penyerapan digunakan untuk menghitung nilai NSA dan STSA.

E.3 Pereaksi

E.3.1 Nitrogen Cair, dengan kemurnian 98 %

E.3.2 Gas Nitrogen, kelas *UHP*

E.3.3 Gas Helium, kelas *UHP*

E.4 Peralatan

E.4.1 *Multipoint static – Volumetric gas adsorption Apparatus*, dengan Gelas dewar dan semua perlengkapan lain yang diperlukan dalam pengoperasian.

E.4.2 Sampel cells, yang digantungkan ke peralatan adsorpsi, akan menjaga pengisolasian sampel dari lapisan atmosfer sama dengan untuk aliran kebocoran helium pada $< 10^{-5}$ m³/menit, dibagi perbedaan tekanan atmosfer.

E.4.3 Timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg

E.4.4 Heating mantle or equivalent, mampu menjaga suhu 300 ± 10 °C

E.4.5 Mesin pengering, jenis gravity-convection, mampu menjaga suhu 125 ± 10 °C

E.5 Prosedur

E.5.1 Persiapan contoh

Keringkan sebagian karbon hitam pada suhu 125 °C selama 1 jam. Jika karbon hitam diketahui bebas dari kandungan uap air, atau setelah langkah-langkah persiapan diketahui sudah cukup mengambil uap air pada sampel, kemudian langkah ini mungkin bisa diabaikan. Keadaan sel sampel kosong untuk minimal 10 menit pada kondisi yang sama diperuntukkan untuk menghilangkan gas pada sampel. Timbang sel sampel kosong dan catat beratnya. Timbang kira-kira 0.4 g sampel karbon hitam kemudian masukkan kedalam sel sampel.

Flow Degassing:

Buka control valve gas dan pasang pipa pengantaran kedalam pipa sampel, dan bersihkan dengan helium atau nitrogen kekurangannya selama satu menit. Tempatkan *heating mantle* atau sumber panas lain mengelilingi sel sampel dan hilangkan gas sampel pada suhu $(300 \pm 10) ^\circ\text{C}$ selama setengah jam atau lebih untuk meyakinkan semua uap air terkondensasi dalam pipa atas tidak ada. Waktu minimal proses degassing memberikan luas permukaan yang stabil (luas permukaan tidak meningkat dengan penambahan degassing) digunakan selama proses degassing. Satu kali degassing khusus telah ditentukan, sampel berikutnya dapat di degass berdasarkan waktu tersendiri, jika diinginkan mengikuti batas kelayakan kelebihan waktu. Beberapa sampel akan ditemukan memerlukan waktu kurang dari setengah jam, khususnya jika kandung uap air telah berkurang. Dalam kasus ini waktu minimum memberikan luas permukaan yang stabil digunakan selama proses degassing. Setelah proses degassing, pipa sampel langsung dipindahkan ke *analyzer*. Kalau tidak, ambil pipa sampel dari sumber panas dan selanjutnya mengalirkan gas pembersih sampai sampel siap untuk dianalisa. Langsung dilanjutkan ke "prosedur pengukuran" dan kemudian melanjutkan tahapan-tahapan prosedur berikutnya.

Vacuum degassing:

Dengan alat pada tekanan atmosfer, tempatkan sel sampel yang berisi karbon hitam diatas peralatan degassing. Mulai proses degassing sesuai prosedur alat tersebut. Tempatkan mantel panas atau sumber panas lain mengelilingi sel sampel dan degas sampel pada suhu $(300 \pm 10) ^\circ\text{C}$ selama setengah jam atau lebih waktu yang diperlukan untuk mendapatkan tekanan kurang dari 1.4 pa ($10 \mu\text{m Hg}$). Satu kali *degassing* khusus telah ditentukan, sampel berikutnya dapat di degass berdasarkan waktu tersendiri, jika diinginkan mengikuti batas kelayakan kelebihan waktu. Beberapa sampel akan ditemukan memerlukan waktu kurang dari setengah jam, khususnya jika kandung uap air telah berkurang. Dalam kasus ini waktu minimum memberikan luas permukaan yang stabil digunakan selama proses *degassing*. Langsung dilanjutkan ke "prosedur pengukuran" dan kemudian melanjutkan tahapan-tahapan prosedur berikutnya.

E.5.2 Penetapan statistik ketebalan luas permukaan

Dari instruksi khusus pengguna untuk *multipoint gas adsorption analyzer* yang digunakan dan berdasarkan dengan prosedur yang sudah dikenal. Ada banyak alat yang tersedia memberikan berbagai macam pilihan pengukuran Tekanan uap jenuh (P_0) dan ukuran dewar. Dewar dengan cairan nitrogen (LN_2) dan mencapai kesetimbangan suhu.

Dewar harus diisi ulang kira-kira satu kali per jam atau diantara tiap analisa. Waktu yang diperlukan untuk mencapai kesetimbangan bergantung pada ukuran dan kualitas dewar. Dewar kecil ($< 1 \text{ L}$) – isi dan tutup dewar sekurangnya selama 2 jam sebelum digunakan Dewar harus dibersihkan dan dikeringkan tiap hari. Dewar besar ($> 1 \text{ L}$) - isi dan tutup dewar sekurangnya selama 16 jam sebelum digunakan, kalau pengukuran *Continuous* P_0 digunakan. Untuk *continuous* P_0 , gunakan selama 2 jam kesetimbangan dewar. Satu kesetimbangan dicapai, dewar besar dapat menjaga kesetimbangan selama beberapa hari jika pengisian dan penutupan dijaga. Operator tidak membuat kekeliruan dalam frekwensi pembersihan, tapi tidak melebihi satu kali perminggu.

Mengikuti daftar pilihan-pilihan pengukuran P_0 . *Continuous* P_0 (pengukuran pada tiap titik tekanan relatif) – Metode ini dianggap yang terbaik, tetapi umumnya menambah waktu analisa. *Single P_0 per analysis* – Meskipun nilai ini dapat diukur sebelumnya, selama atau setelah berjalan, nilai P_0 diukur pada akhir analisa adalah dilebihkan. STSA dihitung dari nilai data terakhir yang diperoleh dan merupakan secara signifikan diperangruhi oleh nilai P_0 . Metode ini diperlukan dimana nilai P_0 ditentukan sebelumnya untuk memulai beberapa

pengukuran untuk meyakinkan kesetimbangan pada dewar sebagaimana dijelaskan pada point 4. Kemudian nilai P_o baru diukur pada tiap run, yang mana digunakan untuk menghitung nilai NSA/STSA.

Daily P_o - Metode ini digunakan ketika saat ini dewar stabil dan tidak ada perubahan dalam tekanan atmosfer yang lebih besar dari 0.13 kPa (1 mmHg). *Calculated P_o* - Metode ini menghitung nilai P_o dengan mengukur tekanan atmosfer dan menambahkan satu nilai antara 1.3 dan 2.6 kPa (10 dan 20 mmHg). Operator bertanggung jawab untuk menentukan pemakaian tekanan yang tetap di laboratorium, bagaimanapun tekanan yang umumnya digunakan adalah 2.0 kPa (15 mmHg).

Dengan pengecualian pengukuran *Continuous P_o* , ini direkomendasikan dimana nilai P_o ditentukan sebelumnya untuk memulai analisa NSA/STSA. Satu nilai P_o adalah Sampai 2.6 kPa (10 sampai 20 mmHg) diatas tekanan atmosfer dan dua nilai P_o berurutan yang berbeda dengan tidak melebihi 0.13 kPa (1 mmHg) dalam periode waktu 10 menit adalah menunjukan dewar yang stabil. Pengalaman akan mengajarkan ke operator tentang perkiraan perbedaan dalam P_o dan tekanan atmosfer di laboratorium. Menentukan ruang bebas pada sel sampel oleh pengukuran dengan helium atau perhitungan menggunakan perkiraan berat jenis karbon hitam 1.9 g/cm³.

Memperoleh lima titik data yang mempunyai jarak secara rata dalam 0.1 sampai 0.5 tekanan relative (P/P_o). Untuk beberapa karbon hitam, Terutama jenis N100 dan N200, itu memudahkan untuk mengukur penambahan dua titik data, 0,05 dan 0,0075, supaya meningkatkan ketelitian pengukuran NSA. Satu titik data tekanan relatif tetap pada kesetimbangan dan total gas nitrogen yang diserap oleh sampel pada tekanan relatif.

Menentukan berat sel dan sampel kering. Ini dilakukan sebelum atau sesudah mengukur nitrogen yang diserap. Menghindari pemakaian helium yang tidak tetap sebagai kesalahan pada 1 mg/cm³ pada volume sel dapat terjadi. Sebagai alternative, berat karbon hitam ditentukan secara langsung dengan mengalirkannya dari sel sampel ke *tared weighing pan*, ambil semua karbon hitam.

E.5.3 Perhitungan

Sebagian besar alat-alat otomatis akan melakukan perhitungan penyelesaian analisa. Pengguna harus membuktikan perhitungan internal sesuai dengan metode yang ada.

E.5.3.1 Berat sampel :

$$\text{Berat sample (kering)} = (\text{Berat sel} + \text{sample}) - \text{Berat sel.}$$

E.5.3.2 Volume nitrogen yang diserap :

Hitung total volume nitrogen yang diserap per gram sampel sebagai berikut :

$$V_a = \frac{\text{Volume Nitrogen untuk tiap dosis dalam cm}^3}{\text{Berat sample dalam g}}$$

E.5.3.3 NSA (Nitrogen Surface Area)

Nitrogen Surface Area (NSA) ditentukan menggunakan B.E.T Plot dari Brunauer, Emmet dan Teller Persamaan Sebagai berikut:

$$\frac{P}{V_a (P_o - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C - 1}{V_m C} \times \frac{P}{P_o}$$

Dimana:

P : Manometer Pressure dalam kPa

P_o : Tekanan Uap jenuh nitrogen dalam kPa

V_m : Volume nitrogen per gram yang ditutup satu lapisan *mono-molecular* dalam standar cm³/g

C : Ketetapan B.E.T. Ketetapan B.E.T adalah Bilangan angka yang bergantung pada penyerapan panas lapisan monomolecular

Plot P/P_o pada Sumbu X melawan P / V_a (P_o-P) pada Sumbu Y, untuk perangkat data mempunyai P/P_o dalam rentang 0,05 – 0,30 (Daerah linear persamaan B.E.T.)

Titik data (tiga atau lebih) yang memberikan garis lurus terbaik digunakan untuk menghitung slope dan y-intercept. Slope dan y-intercept digunakan untuk menghitung luas permukaan. Untuk contoh bagaimana untuk memilih rentang tekanan relative yang tepat.

Sebagai alternatif, penafsiran tekanan relative yang tepat umumnya dapat mempermudah menetapkan rentang tekanan untuk berbagai macam jenis hitam karbon.

Rentang	BET
N300 dan Grade Carcass	0,1 - 0,3
N100 dan N200	0,05 - 0,2
Karbon hitam > 130 m ² /g	0,05 - 0,1

Ini adalah tanggung jawab operator untuk meyakinkan pedoman itu cocok untuk sampel tersebut. Satu Plot B.E.T dimana hasil y-intercept negatif akan menunjukkan keberadaan pori-pori kecil (Garis tengah <2 nm), tapi faktor-faktor yang lain dapat menghasilkan y intersep negative. Luas permukaan dihitung dari tiga titik atau lebih dalam rentang tekanan yang dihasilkan koefisien korelasi terbesar dan y-intersep positif.

E.5.3.4 Hitung Nitrogen Surface Area (NSA)

dalam m²/g sebagai berikut:

$$\text{Luas permukaan (m}^2\text{/g)} = V_m \times 4.35$$

Dimana :

$$V_m : \frac{1}{B + M}$$

B : Y-axis intersep

M : Slope atau garis lurus, $\pm 10^{-5}$

4.35 : Daerah yang terisi oleh 1 cm³ nitrogen =
(6.02 x 10²³) (16.2 x 10⁻²⁰) x 22400

6.02 x 10²³ : Bilangan Avogadro

16.2 x 10⁻²⁰ : Luas Molekul nitrogen dalam m²

22400 : Bilangan volume yang terisi oleh satu mol gas pada keadaan STP

E.5.3.5 STSA (*Statistical Thickness Surface Area*)

Menentukan STSA karbon hitam menggunakan sebuah plot volume Nitrogen yang diserap per gram sampel pada Keadaan STP (V_a) Versus Lapisan ketebalan statistic (t). Menyiapkan plot V_a - t dengan memplot t (nm) pada sumbu X versus V_a (dm^3/kg pada STP) Pada sumbu Y, untuk data yang dikumpulkan mempunyai P/P_o sama dalam rentang 0,2 sampai 0,5.

Dimana :

t : Lapisan ketebalan statistic karbon hitam =
 $0,088 (P/P_o)^2 + 0,645 (P/P_o) + 0,298$

Menentukan slope pada plot V_a - t menggunakan standar regresi garis lurus.

Hitung STSA sebagai berikut :

$$STSA = M \times 15.47$$

Dimana :

M : Slop pada plot V_a - t , dan
 15.47 : Ketetapan untuk konversi gas nitrogen ke volume cairan, dan konversi satuan ke m^2/g

Dalam perumpamaan dimana plot V_a - t menghasilkan intersep negative, laporan nilai STSA menjadi sama dengan nilai NSA. Ini mencegah nilai STSA lebih besar daripada nilai NSA, ini disebut sebagai teori ketidakmungkinan.

Lampiran F (normatif)

Keasaman

F.1 Acuan

ASTM D1512 *Standard Test Method for Carbon Black – pH Value*

F.2 Prinsip (Tidak ada)

F.3 Perekaksi

F.3.1 Air Destilat

F.3.2 Larutan pH Buffer

F.3.3 Aseton

F.3.4 Air Murni

F.4 Peralatan

F.4.1 pH meter (dianjurkan digital) mempunyai ketelitian ± 0.05 pH dan dilengkapi dengan kombinasi electrode dan RNC connector.

F.4.2 Wadah, besi stainless atau tembaga, 125 cm^3 atau lebih besar.

F.4.3 Plat panas

F.4.4 *High speed mill, mixer atau mortar dan pestle.*

F.4.5 Gelas kimia, ukuran 100 cm^3 .

F.5 Prosedur

F.5.1 Persiapan contoh

Hancurkan butiran karbon hitam sampai menjadi bentuk bubuk yang halus, gunakan *high speed mixer* atau mortar dan *pestle*.

F.5.2 Penetapan nilai Keasaman

Timbang 5 g karbon hitam kedalam gelas kimia 100 cm^3 . Tambahkan 50 cm^3 air distilat yang disiapkan dalam gelas besi stainless dan teteskan 2 sampai 3 tetesan aseton untuk fasilitas pembasahan sampel. Tutup gelas kimia dengan watch glass dan didihkan campuran selama 15 menit, tapi jangan biarkan semua cairan menguap. Dinginkan campuran sampai suhu ruangan. Standarisasi pH meter dengan larutan buffer. Cuci elektroda dengan air distilat dan bersihkan setelah setiap kali selesai pengujian. Tempatkan elektroda didalam endapan. Putar dengan hati-hati dalam arah yang bergantian sampai mendapatkan pH yang tetap, dan catat pH. Cuci elektroda dengan air distilat dan bersihkan. Jaga elektroda dengan merendamnya dalam air distilat ketika tidak digunakan.

Lampiran G (normatif)

Kadar abu

G.1 Acuan

ASTM D1506 *Standard Test Method for Carbon Black – Ash Content*

G.2 Prinsip

Sampel yang telah dikeringkan sebelumnya (selama 1 jam pada suhu 125 °C) ditimbang dan setelah itu dipanaskan selama 16 jam pada suhu 550 °C. Sisa debu ditimbang dan hitung sebagai persen sampel yang telah dikeringkan.

G.3 Perekaksi

Tidak ada

G.4 Peralatan

G.4.1 Tanur, mampu digunakan pada suhu 550 °C ± 25 °C

G.4.2 Krus, lingkaran 35 mm, tinggi 29 mm, kapasitas 15 cm³ dengan penutup ukuran E.

G.4.3 Timbangan analitik

G.4.4 Toples Pendingin

G.4.5 Mesin Pengering, jenis *gravity convection*, yang dapat mempertahankan suhu pemanasan 125 °C ± 5 °C

G.5 Prosedur

G.5.1 Penetapan kadar abu

Bakar krus dengan tutupnya dalam tanur pada suhu 550° C selama 1 jam, dinginkan dalam toples pendingin lalu timbang. Keringkan sampel karbon hitam secukupnya dalam mesin pengering jenis *gravity convection* selama satu jam pada suhu 125 °C. Timbang karbon hitam sebanyak 2 g ± 0,1 g kedalam krus, kemudian bakar dalam tanur selama 16 jam pada suhu 550 °C. Ambil krus dari tanur kemudian dinginkan sampai tercapai suhu kamar. Kemudian timbang krus yang berisi abu tersebut.

G.6 Perhitungan

$$A = [(D - B)/(C - B)] \times 100$$

Dimana :

A : Kadar Abu, %

B : Berat Krus, g

C : Berat krus dengan sampel, g

D : Berat Krus dengan abu, g

Lampiran H (normatif)

Kadar debu 5 menit

H.1 Acuan

ASTM D1506 *Standard Test Method for Carbon Black – Ash Content*

H.2 Prinsip

Fines – Sampel karbon hitam ditempatkan diatas pengayak ukuran 125 μm dan goncangkan dalam mesin atau penggerak ayakan bergetar selama 5 menit. Butiran keping-kepingan butiran, debu dan bukan butiran melewati ayakan ditetapkan sebagai *fines* karbon hitam. *Fines* dinyatakan dalam persen.

Attrition – Uji sampel yang sama dengan digoyangkan dengan penambahan waktu 15 menit untuk menentukan jumlah penurunan butiran atau membuat butiran berkurang selama penambahan rentang waktu pengayakan. *Attrition* dinyatakan dalam persen.

H.3 Pereaksi

Tidak ada

H.4 Peralatan

H.4.1 Mesin pengguncang ayakan, penggerak ayakan bergetar

H.4.2 Ayakan, ukuran 125 μm (standart US nomor 120) yann mempunyai diameter 200 mm (8 in) dan tinggi 25 mm (1 in)

H.4.3 *Sieve separator receivers*, yang diperlukan 5.

H.4.4 Penutup ayakan.

H.4.5 Panci penampung bawah

H.4.6 Riffle sample splitter

H.4.7 Sendok kecil atau besar

H.4.8 Timbangan, dengan ketelitian 0,1 g

H.5 Prosedur

H.5.1 Metode A-Fines dan metode B-Attrition

Susun ke 6 perangkat ayakan dan penampung dengan penampung bawah pada tiap ayakan. Timbang beberapa bagian 25 g, hati-hati untuk memasukkan kira-kira 25 g karbon hitam dari *riffle splitter*. Pindahkan masing-masing sample ke satu ayakan 125 μm . Pasang ke-6 perangkat ayakan dan penampung kedalam sebuah susunan. Tempatkan penutup diatas susunan ayakan dan pindahkan ke shaker. Kembali ke pengopersian manual

pengguna untuk menghilangkan kesalahan apapun. Satu lebar ayunan getaran harus dipilih dengan mengoperasikan *vibratory sieve shaker* pada 3600 vpm. Ini adalah tanggung jawab dari pengguna untuk menentukan lebar ayunan yang cocok agar sesuai dengan nilai Ro-Tap. Perubahan lebar ayunan ini harus dicatat untuk produk standar adalah tidak direkomendasikan dan mungkin hasilnya keliru. *Start Shaker* dan guncangkan selama 5 menit dengan pukulan palu yang beroperasi. Ambil susunan ayakan dari shaker dan timbang karbon hitam yang tertahan dalam tiap penampung.

H.5.2 Methode A-Fines:

Jika pengetesan hanya *Fines*, kosongkan dan bersihkan semua ayakan untuk menyiapkan pengujian berikutnya.

H.5.3 Metode B, *attrition* :

Susun ulang ayakan dan pindahkan kembali ke *stack shaker*. Guncangkan selama 15 menit dengan pukulan palu beroperasi. Ambil kumpulan ayakan dan timbang karbon hitam yang tertahan pada penampung. Kosongkan dan bersihkan semua ayakan untuk menyiapkan pengujian berikutnya.

H.6 Perhitungan

Perhitungan kandungan *fines* adalah sebagai berikut :

$$F = (WF / S) \times 100$$

Perhitungan *attrition* adalah sebagai berikut :

$$A = (WA / S) \times 100$$

Dimana :

- A : *Attrition*, %
- F : Kandungan *Fines*, %
- WF : Berat karbon hitam dalam penampung setelah 5 menit pengguncangan, g
- WA : Berat karbon hitam dalam penampung setelah penambahan waktu pengguncangan 15 menit (jumlah 20 menit),
- S : Berat karbon hitam yang diuji,

Lampiran I (normatif)

Kadar zat yang mudah menguap – pada 125 °C

I.1 Acuan

ASTM D1509 *Standard Test Method for Carbon Black – Heating Loss*.

I.2 Prinsip

Sampel karbon hitam ditimbang sebelum dan sesudah dipanaskan selama 1 jam pada suhu 125 °C. Perbedaan berat yang diamati adalah material yang hilang saat pemanasan.

I.3 Pereaksi

Tidak ada

I.4 Peralatan

I.4.1 Metoda A – Convection – Metode mesin pengering

I.4.1.1 Mesin pengering, jenis *gravity convection*, yang dapat mempertahankan suhu pemanasan 125 °C ± 5 °C

I.4.1.2 Botol timbang, bentuk rendah, tinggi 30 mm dan garis tengah 60 mm, dilengkapi dengan penutup (*ground-glass stopper*)

I.4.1.3 Timbangan analitik, dengan ketelitian 0,1 mg.

I.4.1.4 Toples Pendingin

I.4.2 Metoda B – Moisture balance

I.4.2.1 Moisture Balance, dengan ketelitian 0,1 mg, lebih disukai dengan sumber panas yang tidak langsung

I.4.2.2 Toples pendingin

I.5 Prosedur

I.5.1 Penetapan kadar zat yang mudah menguap – Metode mesin pengering

Keringkan botol timbang dan penutup, dengan penutup diangkat, dalam oven khusus pada suhu 125 °C selama 30 menit. Tempatkan botol dan penutup dalam desikator dan dinginkan sampai suhu ruangan. Timbang botol dan penutup. Timbang 2 g karbon hitam ke dalam *weighing bottle*. Tempatkan botol timbang, sample dan penutup dalam oven khusus pada suhu 125 °C selama 1 jam dengan penutup diangkat. Ambil penutup untuk ditempatkan kembali ke botol dan pindahkan botol dan isinya kedalam desikator. Angkat penutup dan dinginkan sampai suhu ruangan. Ambil penutup untuk ditempatkan kembali diatas botol dan kemudian timbang.

I.5.2 Penetapan kadar zat yang mudah menguap – Metode moisture balance

Atur *moisture balance* sesuai dengan instruksi pabrikan. Suhu seharusnya tidak melebihi 125 °C. Tempatkan kira-kira 2 g karbon hitam ke dalam *moisture balance*. Tutup penutup dan start mesin. Satu berat yang hilang, dibawah keadaan pengeringan ini adalah kurang dari 1 mg lebih selama 30 detik bagian uji dianggap kering dan persen berat yang hilang harus dicatat.

I.5.2 Perhitungan

I.5.2.1 Perhitungan kadar zat yang mudah menguap – Metode mesin pengering

Perhitungan persen *heating loss* adalah sebagai berikut:

$$H = [(B-C)/(B-A)] \times 100$$

Dimana :

- H : Heating loss, %
- A : Berat botol timbang dan penutup, g
- B : Berat botol timbang, penutup dan sample sebelum dipanaskan, g
- C : Berat botol timbang, penutup dan sample setelah dipanaskan.

I.5.2.2 Penetapan kadar zat yang mudah menguap – Metode moisture balance

Perhitungan persen *heating loss* adalah sebagai berikut :

$$H = [(A-B)/A] \times 100$$

Dimana :

- H : Kehilangan panas, %
- A : Berat bagian uji sebelum pemanasan, g
- B : Berat bagian uji setelah pemanasan, g

Lampiran J (normatif)

Kadar sisa ayakan

J.1 Acuan

ASTM D1514 *Standard Test Method for Carbon Black – Sieve Residue*

J.2 Prinsip

Sampel karbon hitam dicuci dengan air melalui saringan berkawat dengan ukuran yang tertentu sampai semua yang tersisa adalah residu bukan karbon hitam. Residu ini kemudian dikeringkan, ditimbang dan jumlah residu ditunjukkan sebagai mg/kg (ppm) pada sampel asli.

J.3 Pereaksi

Tidak ada

J.4 Peralatan

J.4.1 Peralatan penyaring dan pengayak, ditunjukkan dalam gambar 1.

J.4.2 Timbangan, dengan ketelitian 0,01 g

J.4.3 Timbangan analitik, dengan ketelitian 0,1 mg

J.4.4 Mesin Pengering, jenis *gravity convection*, yang dapat mempertahankan suhu pemanasan $125^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$

J.4.5 Ayakan, terbuat dari salah satu besi stainless maupun perunggu fosfor. Ayakan harus sesuai dengan Spesifikasi. Ayakan yang digunakan harus disetujui antara penyedia dan penjual.

J.4.6 Cawan timbang

J.5 Prosedur

Sebelum melakukan pengujian, bersihkan strainer dengan membuka kran A dan B dan tutup kran C seperti yang ditunjukkan pada gambar 1. *Strainer* dicuci selama 2 menit. Tutup kran B dan buka kran C. Dengan kran A dan C sama-sama terbuka, atur tekanan air dengan alat kran penurunan (reducing). Tekanan air yang diperbolehkan adalah 207 ± 64 kPa (30 ± 5 lbf/in²). Setelah tekanan air diatur, pasang pagangan ayakan dengan garis tengah ayakan 50 mm (2 in) ke corong dan alirkan air selama 3 menit melewati ayakan tersebut. Berhentikan aliran air dengan menutup kran A dan C. Periksa partikel pada ayakan, jika tidak ada, alat siap digunakan. Timbang 100 g karbon hitam pada timbangan. Pasang ayakan yang cocok ke corong dan mulai alirkan air dengan membuka kran A dan C. Tambahkan karbon hitam perlahan ke corong untuk mencegah penyumbatan pada ayakan. Gunakan air dengan aliran lemah dari selang yang terpasang ke kran D untuk membersihkan beberapa karbon hitam yang ada pada sisi sisi corong. Lanjutkan pembersihan dengan melewatkan air pada ayakan sampai bersih. Ambil pegangan ayakan dan ayakan dari corong dan gosokkan residu dengan jari untuk memisahkan beberapa

gumpalan karbon hitam yang keras dimana mungkin tidak bisa lewat ketika dalam proses pencucian dengan air. Pasang ulang pegangan ayakan dan ayakan dan cuci dengan penambahan waktu selama 2 menit. Ambil pegangan ayakan dan ayakan dan keringkan selama 1 jam pada suhu 125 °C. Pindahkan residu kering ke satu alat kertas putih yang lembut dan gosok secara lembut untuk mengambil beberapa karbon hitam yang tersisa pada residu. Gosok sampai kertas putih memperlihatkan beberapa kotoran. Sikat semua residu ke *weighing dish* dan kemudian timbang

J.6 Perhitungan

Perhitungan kadar sisa ayakan adalah sebagai berikut:

$$R = (W/S) \times 10^6$$

Dimana:

R : Sieve residue, g/kg (ppm)

W : Berat sieve residue, g

S : Berat Sample, g



Bibliografi

Annual Book of ASTM Standards Section 9 Volume 09.01 Rubber Product, Industrial Specification and Related Test Methods; Gasket; Tires











BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id